

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

**MOLYBDENUM MATERIAL**

Patent Number: JP61143548  
Publication date: 1986-07-01  
Inventor(s): TAKEBE KATSUTSUGU; others: 04  
Applicant(s): TOKYO TUNGSTEN CO LTD  
Requested Patent: ☐ JP61143548  
Application Number: JP19840264232 19841214  
Priority Number(s):  
IPC Classification: C22C27/04  
EC Classification:  
Equivalents: JP2024901B, JP2059527C

---

**Abstract**

---

**PURPOSE:**To obtain Mo material having superior deformation resistance at high temp. by specifying the size of each of discoid grains in the interior of a high purity Mo material.

**CONSTITUTION:**The size of each of discoid grains in the interior of an Mo material having  $\geq 99.9\%$  purity is regulated so that the ratio of the major axis size to the minor axis size is made  $\leq 4$ . The diameter is 15-150mm, and the thickness is  $\geq 1/5$  of the thickness of the Mo material. The average maximum diameter of the discoid grains is restricted to 150mm because grains of  $>150\text{mm}$  diameter are not economically formed with respect to treatment temp. and treatment time. When the thickness of the grains is  $>1/5$  of the thickness of the Mo material, the Mo material is liable to warp.

---

Data supplied from the esp@cenet database - I2

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

## ⑫ 公開特許公報(A)

昭61-143548

⑪ Int. Cl.<sup>4</sup>

C 22 C 27/04

識別記号

1 0 2

庁内整理番号

6411-4K

⑬ 公開 昭和61年(1986)7月1日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全5頁)

⑭ 発明の名称 モリブデン材料

⑮ 特 願 昭59-264232

⑯ 出 願 昭59(1984)12月14日

⑰ 発 明 者 武 部 克 嗣 富山市岩瀬古志町2番地 東京タングステン株式会社富山工場内

⑱ 発 明 者 遠 藤 求 富山市岩瀬古志町2番地 東京タングステン株式会社富山工場内

⑲ 発 明 者 島 谷 幸 治 富山市岩瀬古志町2番地 東京タングステン株式会社富山工場内

⑳ 出 願 人 東京タングステン株式会社 東京都千代田区鍛冶町2丁目6番1号

㉑ 代 理 人 弁理士 芦 田 坦 外2名

最終頁に続く

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

モリブデン材料

## 2. 特許請求の範囲

1. 純度99.9%以上のモリブデン材料を内部に含まれる円板状結晶粒の大きさが円板面の短径に対する長径の比が4以下で、その円板面の大きさが直径15mm～150mmであり、かつ厚さ方向の大きさが材料厚さの1/5以上の結晶粒により形成したことを特徴とするモリブデン材料。

## 3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

この発明は、構造用モリブデン材、特に耐高温変形性に優れたモリブデン材料の改良に関するものである。

(従来の技術)

一般的に、モリブデンはその固有の性質として、

2600℃の高温融点を持ち、高温での強度が他の金属に比較して優れていることが知られており、かつこの性質を利用して高温での過酷な条件で使用されることが多い。このモリブデンを高温で使用するには、再結晶温度や強度の改善等の為にAl, Si, K或はTi, Zr, C等の元素(以下「ドーパ剤」と称する)の1種或は複数種が微量添加されている。

これらのドーパ剤を微量添加する主たる目的は、純モリブデンに比較して再結晶温度を高めること及び脆いとされているモリブデンの結晶粒界を強化する等のためである。

これらのドーパ剤のうち、Al, Si, K等の元素を添加することはすでにタングステンフィラメントの性能改善の一つの方法として提案されている技術の延長線上に位置するもので、近年、高温構造材料としてのモリブデン材料等についてもこれらの元素(ドーパ剤)の添加が試みられ、その量及び種類等について種々の研究がなされている。

(発明が解決しようとする問題点)

例えば、原子燃料ペレット焼成用ポート或はアルミナ、ジルコニア等のセラミック焼成用板状治具等の様に、特に1600℃を超える高温で使用されるモリブデン板材については、その変形によって焼成品が変形したり、脱落したり、或は自動化装置の使用が不可能になる等の原因となるために耐変形性が重要な問題となるが、現在知られているモリブデン板材は、十分満足のいくものではないため、その開発が熱望されている。

また、ドーパ剤の添加の効果は、一定以上の高加工度と短冊状再結晶粒を得る処理によって得られる。

即ち、製造工程中にドーパ剤の蒸発した空孔（ドーパ剤）の配列と数をコントロールすることによってのみ得られるが、このドーパ剤のコントロールには高い加工度が要求され、モリブデン板材の製品歩留りを著しく低下させる。

また、高温で使用中に残留ドーパ剤が蒸発し、焼成部品（製品）を汚染する場合もある。

更に、ドーパモリブデン板材に残留するこれら

したものである。

#### （実施例）

モリブデン板材として、純度99.9%以上、平均粒径3~5 $\mu$ mのモリブデン粉末を用いて通常の粉末冶金法に従がい静水圧プレスによって2 ton/cm<sup>2</sup>の圧力でプレス成形し、水素気流中で1900℃にて5時間の焼結を行ない約30mm厚さの純モリブデンインゴットを成形した。このインゴットを通常の熱間加工法に従がい最高温度1300℃に加熱した後、徐々に加熱温度を下げながら圧延加工を繰返し、温間圧延加工及び冷間圧延加工を経て厚さ2mmのモリブデン板を成形した。

このモリブデン板を2250℃にて水素気流中で0.5~5時間の各種の結晶粒コントロール処理を行なった後、内部の円板状結晶の円板直径が平均5mm~120mmの5種モリブデン板から無差別な方向に20mm×150mmの試験片を切出した。各試験片における結晶粒の厚さ方向への大きさは全て材料厚の1/5以上であった。これらの試験片と従来のタンゲステン板材の同一サイズの比較試験

の元素（ドーパ剤）は、真空中では1600℃近くから蒸発を開始し、不活性ガス中でも1800℃を超えると蒸発を開始する。更に1900℃以上の高温での使用時にはドーパ剤が爆発的に蒸発し、そのガス圧力のためにモリブデン板の表面全面に発汗状のふくれが発生して使用に耐えられなくなる。

また、ドーパモリブデン板材の短冊状再結晶組織は、結晶の長軸方向を横断する負荷に対する強度と、短軸方向を横断する負荷に対する強度に差があり、板材の使用方向が制限される等の不具合を免れなかった。

#### （問題点を解決するための手段）

純度99.9%以上のモリブデン材料を、内部に含まれる円板状結晶粒の大きさが円板面の短径に対する長径の比が4以下で、その円板面の平均の大きさが直径15mm~150mmであり、かつ厚さ方向の大きさが材料厚さの1/5以上の結晶粒により形成し、耐高温変形性に著しく効果があり、使用方向に制限のない、高温強度に優れたガス発生のないモリブデン構造材料を得ることを可能に

片とを次の試験条件で高温荷重負荷試験を行ない変形量の比較を行なった。

第5図に示す如く、試験片1のサイズは厚さ2mm×幅20mm×長さ150mmとし、水素気流中で1800℃にて、タンゲステン製治具2、2'の上にセットする。治具2、2'間の距離は100mmとし、治具2、2'間の中心の試験片上に500gの荷重3を乗せ、20時間毎に試験片を取出し、治具2、2'間のタワミ量を測定した。

第1図は、本発明のドーパ剤を添加しないモリブデン板と従来のドーパ剤を添加したモリブデン板との比較試験のための試験片を示すもので、本発明のモリブデン板として、内部の円板状結晶の円板直径が平均20mmの試験片4、また、従来のドーパ剤を添加したモリブデン板として、結晶が長軸方向の試験片5及び結晶が短軸方向の試験片6を夫々用意し、前記した試験条件で高温荷重負荷試験を行なった結果、第2図に示す変化曲線の如き試験結果が得られた。

この試験結果から明らかな通り、本発明の試験

片4は従来のドーブ剤添加のモリブデン板に比較してタワミ量が格段に小さかった。(変化曲線の符号は試験片の符号に対応するものである。)

また、第3図は、本発明のドーブ剤を添加しないモリブデン板の内部の円板状結晶の違いによる影響の比較試験のための試験片を示すもので、内部の円板状結晶の円板直径の平均が20mmの試験片4、同5mmの試験片7、同10mmの試験片8、同50mmの試験片9及び同120mmの試験片10を夫々用意して、前記した試験条件で高温荷重負荷試験を行なった結果、第4図に示す変化曲線の如き試験結果が得られた。

この試験結果から明らかな通り、内部の円板状結晶の円板の直径の平均が20mm以上の試験片4、9、10は、10mm以下の試験片7、8に比較してタワミ量が格段に小さかった。(変化曲線の符号は試験片の符号に対応するものである。)

以上の試験結果から本発明のドーブ剤を添加しない試験片4は従来のドーブ剤を添加したモリブデン板よりも格段に優れた耐高温変形性を有して

本発明によるモリブデン材料を高温用構造材料として使用した場合、従来のドーブ剤添加モリブデン材料に比較して著るしく変形量が少く、寿命が大幅に改善できる。

また、変形量が少いため高温焼成用板状治具として自動化装置に安定して使用することが可能となり生産性が著るしく向上する。

そして、最大の長所は、ドーブ剤を含まない高純度材料であるため、高温条件の下での使用に際しても製品の汚染・着色などを起さないのみならず、モリブデン材自体も高温において発汗状フクレ等の変質を起すことがなく、信頼性を大幅に向上できる。

更に、製造工程中にドーブ剤添加の必要がなく、製品歩留りも向上し、製造原価の大幅な低減が可能になる等の効果を有する。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は、本発明のドーブ剤を添加しない試験片と従来のドーブ剤を添加した試験片の斜視図、

おり、また、ドーブ剤添加のモリブデン剤のように方向性もないことがわかる。

更に、本発明のドーブ剤を添加しない試験片の中でも円板状結晶の円板の直径が平均20mm以上の結晶粒の構成のものは、円板の直径が平均10mm以下の結晶粒の構成のものに比較して格段の耐高温変形性を有していることがわかる。

これは、1800℃の変形試験温度においては、もはや結晶粒界が変化しない安定状態にあること及び、荷重による変形応力の伝達に対しては、試験片内部全体に占める結晶粒界総面積が小さい方が耐高温変形性が高いためと推察される。

なお、本発明による円板状結晶の平均最大結晶径を150mmと限定する理由は、150mm以上の結晶粒を構成するためには処理温度及び処理時間に費す経済的負担が急増し工業的に不利となるためである。また、結晶粒の厚さ方向の大きさが材料厚さの1/5より薄くなるとソリが発生し易くなる。

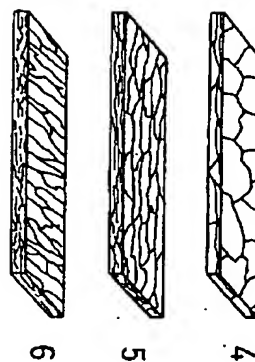
(発明の効果)

第2図は、第1図の試験片のタワミ量変化曲線図、第3図は、ドーブ剤を添加しない平均結晶粒径の異なる試験片の斜視図、第4図は、第3図の試験片のタワミ量変化曲線図、第5図は、高温タワミ試験装置の概略図である。

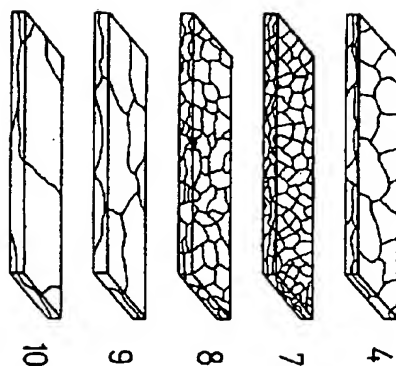
代理人 (VIZ) 弁理士 後藤 洋介



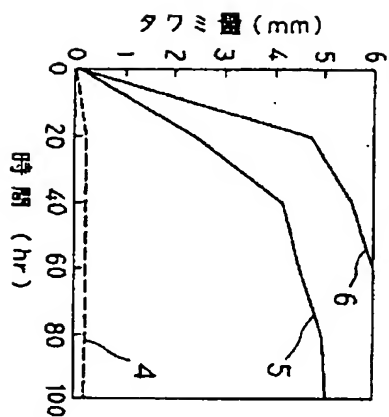
第1図 タワミ試験用試片



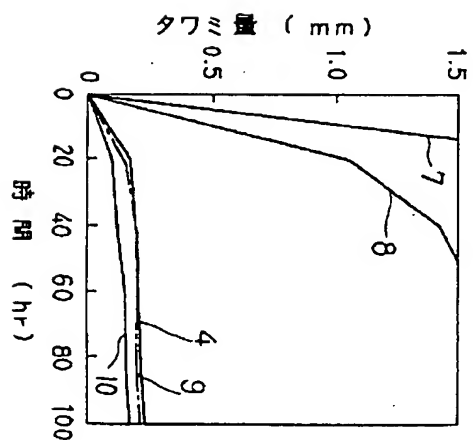
第3図 タワミ試験用試片



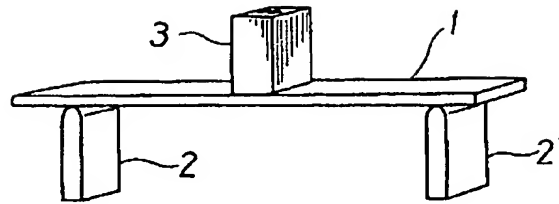
第2図 タワミ量の変化



第4図 タワミ量の変化



第5図 タワミ試験



第1頁の続き

⑫発明者	山 淵	保 夫	富山市岩瀬古志町2番地	東京タングステン株式会社富山工場内
⑬発明者	加 藤	泰 弘	富山市岩瀬古志町2番地	東京タングステン株式会社富山工場内

昭 62. 6. 9 発行

特許法第17条の2の規定による補正の掲載

手 続 補 正 書 (自 発)

昭和62年7月7日

昭和59年特許願第264232号(特開昭61-143548号, 昭和61年7月1日発行 公開特許公報61-1436号掲載)については特許法第17条の2の規定による補正があったので下記のとおり掲載する。 3 ( 4 )

特許庁長官 黒田 明雄 殿

Int. Cl. 4	識別記号	庁内整理番号
C22C 27/04	102	6411-4K

1. 事件の表示

昭和59年特許願第264,232号

2. 発明の名称

モリブデン材料

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

名 称 東京タングステン株式会社

4. 代 理 人 〒105

住 所 東京都港区西新橋1丁目4番10号  
第三森ビル TEL 591-1507・1523

氏 名 (5841) 弁理士 芦 田 坦  
(ほか2名)

5. 補正の対象

1) 明細書の発明の詳細な説明の欄

6. 補正の内容

1) 発明の詳細な説明

- (1) 明細書第3頁14行「ドープ剤」を「ドープ孔」と改める。
- (2) 明細書第3頁17行「著じるしく」を「著しく」と改める。
- (3) 明細書第4頁18行「著じるしく」を「著しく」と改める。
- (4) 明細書第9頁3行「著るしく」を「著しく」と改める。
- (5) 明細書第9頁7行「著るしく」を「著しく」と改める。

代理人 (5841) 弁理士 芦 田 坦

